



中华人民共和国国家标准

GB/T 40185—2021

牙膏中 5 种氯铵类抗菌剂的检测方法 高效液相色谱法

Determination of 5 kinds of ammonium chloride antibacterial agents in toothpaste—
High performance liquid chromatography method

2021-05-21 发布

2021-12-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国口腔护理用品标准化技术委员会(SAC/TC 492)归口。

本标准起草单位：江苏省产品质量监督检验研究院、南京大学、江苏省食品药品监督检验研究院、昆山市产品质量监督检验所。

本标准主要起草人：蔡晶、王峰、施劲松、乔俊琴、邱霞琴、朱宇宏、张征、韦兰春、刘小兰、练鸿振、王莉、张晓强、洪华。



牙膏中 5 种氯铵类抗菌剂的检测方法 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了牙膏中氯铵类抗菌剂劳拉氯铵、苄索氯铵、西吡氯铵、米他氯铵、西他氯铵含量的高效液相色谱(HPLC)测定方法。

本标准适用于牙膏中 5 种氯铵类抗菌剂含量的测定。

本标准的方法检出限为 0.075 g/kg(劳拉氯铵、苄索氯铵),0.012 5 g/kg(西吡氯铵、米他氯铵)和 0.025 g/kg(西他氯铵)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

样品经过水和乙醇超声提取、过滤后,以高效液相色谱法进行分离,紫外测定,外标法定量。

4 试剂和标准物质

除非另有说明,在分析中仅适用确认为分析纯的试剂和水为 GB/T 6682—2008 规定的一级水。

4.1 乙腈:色谱纯。

4.2 无水乙醇。

4.3 高氯酸。

4.4 劳拉氯铵、苄索氯铵、西吡氯铵、米他氯铵和西他氯铵(标准品):纯度 $\geq 98\%$ 。

5 仪器设备

5.1 高效液相色谱仪,配备二极管阵列检测器。

5.2 超声波清洗器。

5.3 涡旋振荡器。

5.4 分析天平(感量 0.000 1 g)。

5.5 0.45 μm 有机系样品滤膜。

6 分析步骤

6.1 试样预处理

称取样品 1 g,精确至 0.001 g,置于 25 mL 容量瓶中,加入 10 mL 水,超声提取 20 min 后,加入 10 mL

无水乙醇(4.2)超声 20 min,待样品冷却后用乙醇定容至刻度,混匀。取部分上清液离心后,经 $0.45\ \mu\text{m}$ 滤膜过滤,滤液作为待测样液,备用。

6.2 标准溶液配制

准确称取劳拉氯铵、苄索氯铵、西吡氯铵、米他氯铵和西他氯铵标准品各 0.05 g,精确至 0.000 1 g,加入 25 mL 乙醇超声溶解,待完全溶解后用水定容至 50 mL。此溶液标准品含量为 1 mg/mL,作为标准储备液。

取标准储备液,用乙醇:水=1:1 稀释成浓度为 0.2 mg/mL,0.1 mg/mL,0.05 mg/mL,0.02 mg/mL,0.01 mg/mL,0.005 mg/mL,0.003 mg/mL,0.002 mg/mL,0.001 5 mg/mL,0.001 mg/mL,0.000 5 mg/mL,0.000 3 mg/mL 的标准工作溶液,备用。

6.3 测定

6.3.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下:

- 色谱柱:CN 柱($150\times 4.6\ \text{mm}$, $5\ \mu\text{m}$)。
- 流动相:乙腈(A)+0.1% HClO_4 水溶液(1 L 水中加入 1 mL HClO_4)(B),采用等度洗脱:A/B=40:60(体积比)。
- 流速:1.0 mL/min。
- 进样量:10 μL 。
- 柱温:30 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 检测波长:215 nm(劳拉氯铵、米他氯铵和西他氯铵)、225 nm(苄索氯铵)、260 nm(西吡氯铵)。

6.3.2 标准工作曲线绘制

按照液相色谱条件(6.3.1)进行测定,劳拉氯铵和苄索氯铵的线性范围为 0.001 mg/mL~0.2 mg/mL,西吡氯铵和米他氯铵的线性范围为 0.001 5 mg/mL~0.2 mg/mL,西他氯铵的线性范围为 0.003 mg/mL~0.2 mg/mL。5 种混合标准物质液相色谱图参见附录 A 的图 A.1~图 A.3。

6.3.3 定量分析

待测样液按照液相色谱条件(6.3.1)进行测定,以峰面积与标准系列比较进行定量,如试样液响应值超出标准系列响应值,则需将试样稀释适宜倍数后进样。

6.3.4 定性确证

以标准溶液中被测组分的保留时间为依据进行初步定性,测定过程中如果试样液出现阳性结果,应与标准品的紫外吸收光谱对比,进行定性确证。

6.4 空白试验

除不称取样品外,均按上述操作步骤进行。

7 分析结果的表述

劳拉氯铵、苄索氯铵、西吡氯铵、米他氯铵和西他氯铵的含量按式(1)进行计算。

$$X = \frac{\rho \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X —— 劳拉氯铵、苄索氯铵、西吡氯铵、米他氯铵和西他氯铵的含量,单位为克每千克(g/kg);

ρ —— 从标准工作曲线上得到的被测组分溶液质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V —— 样品定容体积,单位为毫升(mL);

m —— 试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。

8 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对值不得超过算术平均值的 10%。

9 回收率

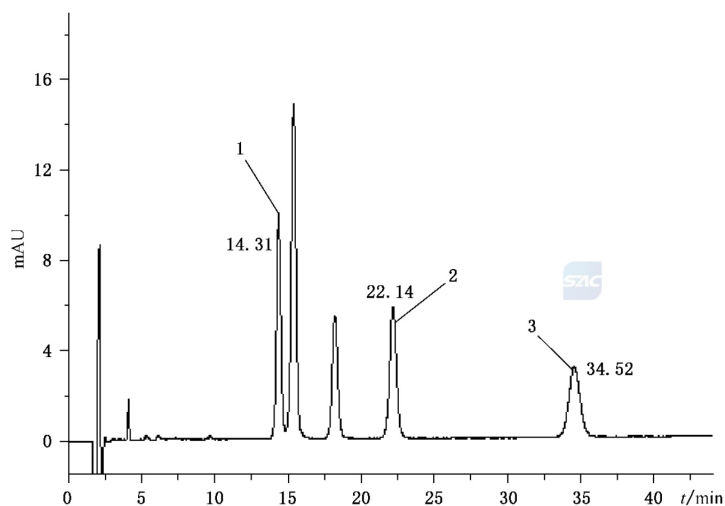
按本测定方法所确定的实验条件,劳拉氯铵、苄索氯铵的添加浓度为 0.001 mg/mL、0.002 mg/mL、0.005 mg/mL,西吡氯铵、米他氯铵的添加浓度为 0.001 5 mg/mL、0.003 mg/mL、0.007 5 mg/mL,西他氯铵的添加浓度为 0.003 mg/mL、0.006 mg/mL、0.015 mg/mL,每个浓度添加三次测定,回收率为 85%~115%,相对标准偏差小于 10%。



附录 A
(资料性附录)

劳拉氯铵、苄索氯铵、西吡氯铵、米他氯铵、西他氯铵标准物质液相色谱图

劳拉氯铵、米他氯铵和西他氯铵标准物质液相色谱图参见图 A.1。

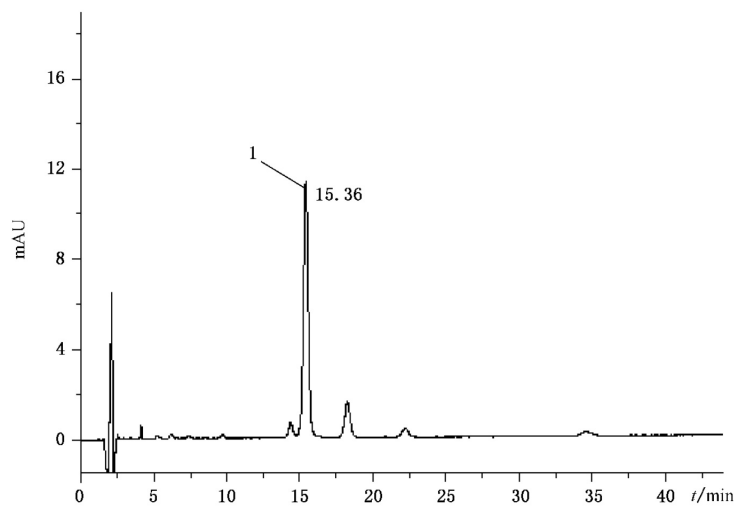


说明:

- 1——劳拉氯铵;
- 2——米他氯铵;
- 3——西他氯铵。

图 A.1 劳拉氯铵、米他氯铵和西他氯铵标准物质液相色谱图

苄索氯铵标准物质液相色谱图参见图 A.2。

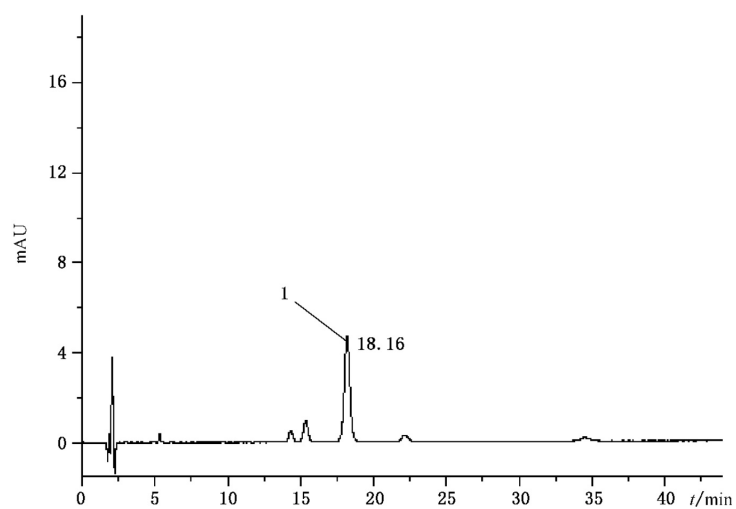


说明:

- 1——苄索氯铵。

图 A.2 苄索氯铵标准物质液相色谱图

西吡氯铵标准物质液相色谱图参见图 A.3。



说明：

1——西吡氯铵。

图 A.3 西吡氯铵标准物质液相色谱图